

3021344

CENTRAL INTELLIGENCE AGENCY

INFORMATION REPORT

25X1

This Document contains information affecting the National Defense of the United States, within the meaning of Title 18, Sections 793 and 794, of the U.S. Code, as amended. Its transmission or revelation of its contents to or receipt by an unauthorized person is prohibited by law. The reproduction of this form is prohibited.

SECRET

25X1

COUNTRY	USSR (Leningrad Oblast)	REPORT NO.	
SUBJECT	Research on Rocket Fuels at the State Institute of Applied Chemistry	DATE DISTR.	16 April 1954
	25X1	NO. OF PAGES	14 25X1
DATE OF INFO.		REQUIREMENT NO.	
PLACE ACQUIRED		REFERENCES	

THE SOURCE EVALUATIONS IN THIS REPORT ARE DEFINITIVE.
THE APPRAISAL OF CONTENT IS TENTATIVE.
(FOR KEY SEE REVERSE)

25X1

1. The State Institute of Applied Chemistry (Gosudarstvennyy Institut Prikladnoy Khimii) (GIPKh) in Leningrad is located on the northern bank of the Malaya Neva River arm, at the intersection of geographical coordinates N 59-57, E 30-18, on an island formerly called Votnyy Island, in the Petrogradskaya Storona (quarter). Prospekt Karla Libknekhta and Prospekt Dobrolyubova, through which streetcar lines run, lead to the Institute. The arm of the Neva River, which formerly formed the northern boundary of Votnyy Island, has almost been filled in.
2. The Institute consisted of five large and ten smaller buildings, which prior to 1917 housed the Imperial Mint and after 1920 various research installations. Chemical research was conducted there during World War II. The most important building was that which housed the laboratory; the other buildings housed workshops, design offices, the personnel office, a number of semi-technical installations, and a heating plant. The area of the installation was surrounded by a brick wall and, to a minor extent, by a wooden fence. Watch towers were located along the perimeter of the area. Since 1949, the Institute area has been guarded by MVD personnel in civilian clothes. This tightening of security measures was motivated by the starting of research work related to the development of rocket fuels. Other chemical research institutes in Leningrad were less strictly guarded.
3. The building which housed the laboratory contained office rooms, workshops, and auxiliary rooms, besides a large number of laboratory rooms, which were generally well equipped, although the equipment was obsolescent. Oxygen, nitrogen, or hydrogen conduits were not available, but the gases mentioned were stored in adequate quantities in steel bottles. The equipment on hand made efficient chemical research possible. However, requisitions for chemical materials were handled in a dilatory way. Glass was furnished in adequate quantities, while iron and steel apparatuses were difficult to obtain.

SECRET

25X1

25X1

STATE	#X	ARMY	X	NAVY	X	AIR	#X	FBI		AEC		OST Ev	X	ATIC Ev	X
-------	----	------	---	------	---	-----	----	-----	--	-----	--	--------	---	---------	---

(Note: Washington Distribution Indicated By "X"; Field Distribution By "#".)

SECRET

-2-

25X1

[redacted] the Institute was given priority in the supply of chemical materials required for chemical research. Its library was first class and stocked with modern technical literature. From 1947 to 1951, the laboratory equipment of the Institute was supplemented and modernized by dismantled German equipment. The doors of the individual laboratories were closed at all times, and access to the laboratories was restricted to those who worked in them.

4. The Institute was directly subordinate to the Ministry of the Chemical Industry in Moscow. It was headed by a chemist called Prokofyev (fnu), who exclusively exercised administrative functions. He was assisted by the secretary of the Communist Party Committee, who, like Prokofyev, received his orders directly from the Ministry of the Chemical Industry and was equal in rank to him. The same applied to the trade union secretary elected by the work force of the Institute. Prior to May 1951, this post was held by one Sarakhokhov (fnu), a Caucasian. Three directors worked under the director general, i.e., one Shpak (fnu), an expert, formerly a lecturer at an institute of technology, who directed the research at the Institute; an administrative director whose name was unknown to source; and a personnel chief with the name of Glukhov (fnu), who allegedly had formerly been an MVD colonel. Director Shpak controlled about ten laboratory departments which worked under departmental leaders. Departmental leaders known to source included one Lishchenko (fnu), an elderly and efficient chemist who had specialized in the field of organic chemistry; Grachev (fnu), a professor of organic chemistry; Zavel'skiy (fnu), also an efficient expert in the field of organic chemistry, who, after the war was detached as a Soviet officer to the Leuna plant, where he took an active part in the selection of German chemists to be deported to the USSR; and Mrs. Irina Leonidovna Khmelitskaya, who had a very good theoretical knowledge in the field of organic chemistry although she lacked experience. Each laboratory department had four or five laboratory rooms and some semi-technical facilities in other buildings. A total of about 50 to 60 persons were assigned to each of the departments. Most of the departmental leaders had acquired academic degrees corresponding to the German doctor's degree; some had even qualified for a university career. Most of the chemists who worked under these departmental chiefs had passed the normal university graduation examination and, thus, acquired the degree of a graduate chemist. A total of approximately 1,000 persons were employed at the Institute, half of them chemists and auxiliary laboratory personnel, the other half designers, office workers, craftsmen, and laborers. In October 1946, six German chemists from the Leuna plant, in addition to a graduate engineer and a foreman, were deported by the Soviets to Sestroretsk (N 60-05, E 30-00), where they were attached to a naval agency under Admiral Bukhanov (fnu). They had to write reports on their activities at the Leuna plant during World War II. In spring 1947, the eight German experts were transferred to the State Institute of Applied Chemistry, but they continued to live in Sestroretsk. The Germans were assigned to different laboratories and acted as chiefs and advisers to the Soviet chemists. The Germans were allowed to use scientific libraries in Leningrad, which they could visit when escorted by Soviets. The Soviet chemists had good theoretical knowledge but little practical experience. They were generally unable to conduct research work of their own and, therefore, were willing to accept the guidance of the Germans. The topics for the research to be conducted in a given year were issued by the management of the Institute at the end of the preceding year. Most of the topics apparently concerned problems which were previously dealt with at the Institute. In some cases, research orders were given by the Ministry of the Chemical Industry in Moscow. In some form or other, all the topics concerned the development of rocket fuels. It was not before the second half of 1950 that research orders related to intermediate products required for plastics were given. The German experts assigned to the Institute did not have any previous experience in the field of rocket fuels. The research orders given to them did not represent basic research work but had a definite practical purpose and were related to the discovery and production of components needed for rocket fuels. However, the pursuance of these aims often implied pure scientific work, because the Germans could work from a broad basis and all the properties of every type of chemical agent which might prove useful for the development of rocket fuels had to be investigated. Thus, for instance, research was continued even if it was clear that the material concerned was practically useless because of raw

SECRET

25X1

SECRET

-3-

material difficulties or for other reasons. The chemical compounds developed in the laboratory and found suitable for the purpose fixed were further developed and tested on a semi-technical basis so that the German experts were in a position to follow the whole progress of the research involved. This was particularly possible with regard to the production of low molecular aliphatic amines, for which a special plant was developed and later erected at Dzerzhinsk (N 56-15, E 43-24). The German experts were not responsible for the course of the research and development work. They gave directives for the series of experiments to be made, supervised their execution, and composed reports on the different stages of the research work done.

5. The work of the German chemist employed at the Material Testing Laboratory met with little interest on the part of the Soviets, although he had been one of the leading experts of the IG Farben factory in matters of materials required for chemical reactions. He was assisted by two female chemists with whom he did not maintain close contact. Among others, he investigated problems of corrosion in connection with the utilization of highly concentrated hydrogen peroxide and nitric acid for rocket fuels.
6. Two other German chemists were mostly concerned with the production and the determination of the properties of low molecular aliphatic amines. The Soviets were greatly interested in their work. Ten Soviet chemists and laboratory assistants were assigned to the laboratory in which the two German chemists worked, who were consulted by the Soviets also with regard to chemical problems outside the special field assigned to them at the Leningrad institute.
7. Another German chemist, who was assisted by two Soviet chemists and two female laboratory assistants, was given miscellaneous laboratory orders such as the production of aliphatic vinyl ethers, vinyl ethers obtained from amino-alcohols, catalytic hydrogenation of nitro paraffins into amines, further processing of medium molecular amines, and the production of furan from furfural through catalytic decarbonization.
8. An installation serving the nitration of aliphatic hydrocarbons by means of nitrogen dioxide, which had been dismantled at the Leuna plant, was set up and put in operation. The mission assigned consisted of semi-technical experiments, which were to determine optimal conditions for nitration, particularly of low molecular aliphatic hydrocarbons in the fluid phase. Parallel laboratory experiments were made by two Soviet chemists. The Germans also made experiments with the nitration of hydrocarbons in a gaseous state of aggregation.
9. One German graduate engineer was at first assigned to the design bureau, where he took an active part in the development of a large plant designed for the production of aliphatic amines, such as ethylamine and trimethylamine. He, furthermore, assisted all the German chemists working at the Institute in the solution of technical problems. One German foreman was attached to the measuring laboratory, where he introduced modern methods for the measuring of temperatures, pressures, and flow velocities. The German foreman practically ran the department.
10. Other research conducted by a German chemist concerned the possibility of utilizing nitro alcohols and their derivatives as components for rocket fuels. Semi-technical experiments for the nitration of low molecular aliphatic hydrocarbons were made. There was an obvious tendency to utilize, as components for rocket fuels or other inflammable mixtures, the low molecular nitroparaffins, above all nitromethane, nitroform, and tetranitromethane, substances which were obtained as by-products in these experiments. The problem to be solved was to produce, by a modification of these nitroparaffins into nitro-alcohols or their derivatives, a series of chemical substances, which were to be tested at another place. The research was started with production of various nitro-alcohols from nitromethane and 2-nitrobutane, which were available in ample supply. The nitro-alcohols were produced by condensation of the nitroparaffins with an admixture of formaldehyde and other aldehydes

SECRET

25X1

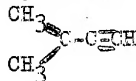
SECRET

-4-

in an alkalic medium. None of the nitro-alcohols produced in this way flashed when it was mixed with highly concentrated nitric acid, which was necessary if they were to serve as priming agents for rocket fuels. The nitro-alcohols were then converted into their acetates by processing them with acetic acid anhydride. These acetates were also unsuitable. The same applied to the nitro-olefins obtained from acetates by thermic treatment.

11. In the course of the investigations made to determine the usefulness of amino-alcohols and their derivatives for rocket fuels, various amino-alcohols were produced from nitro-alcohols through reduction. Amino-alcohols were also produced in synthetic processes by treating ethylene oxide with ammonia and various low molecular aliphatic amines. The amino-alcohols produced from ethylene oxide and ammonia, i.e. diethanolamine and triethanolamine flashed when brought into contact with highly concentrated nitric acid. However, the induction period, i.e. the lapse of time between the mixture of the substance with nitric acid and the ignition, was too great, and the substances were considered unsuitable. More favorable results were obtained when N-methylethanol-amine obtained from methylamine and dimethylamine and N-dimethylethanol-amine produced from methylamine and ethylene oxide were tested. They flashed comparatively quickly when highly concentrated nitric acid was admixed. The synthetic substances were examined by the Soviets both in their condition and in mixtures with other substances, such as aniline. At last, it became standard procedure to make mixtures of the priming agents with fractionated hydrocarbons, such as kerosene, since the latter formed the basis of the rocket fuels. Morpholine obtained by dehydrogenation of diethanol-amine and oxyethyl-morpholine produced by dehydrogenation of triethanolamine flashed when highly concentrated nitric acid was admixed. The dehydrogenation was carried out by a catalytic process with the utilization of aluminum oxide catalysts. Experiments made proved that morpholine formed easily when conducting diethyl-anolamine over aluminum oxide in a gaseous state of aggregation. The process was further developed by the Soviets with good results. Vinyl ethers, derivatives of amino-alcohols, were also checked. They were produced by admixing amino-alcohols with acetylene under pressure. In order to avoid explosions, the chemical process was performed, according to directives given by Favorskiy (fnu) and Shostakovskiy (fau), in an indifferent solvent in the presence of alkali acting as a condensing agent. Some of the vinyl ethers obtained from amino-alcohols and the vinyl ethers obtained from ethanolamines, and finally the vinyl ethers of the oxy-ethyl morpholine were well suited, i.e., when brought into contact with highly concentrated nitric acid, they flashed within one hundredth of a second or even sooner. The production of vinyl ethers from amino-alcohols was continued on a semi-technical basis with a view to finding out the conditions for an industrial production of these vinyl ethers.

12. When experiments were made concerning the usability of unsaturated hydrocarbons as components for rocket fuels, the Soviets suggested testing acetylene hydrocarbons, which besides their triple bond, have a double bond or simultaneously several triple bonds and double bonds. The basic material chosen was dimethyl ethinyl-carbinol, which could easily be produced from acetone and acetylene. The first problem to be solved was to develop an industrially profitable method for the production of this chemical compound. In the laboratory, dimethyl ethinyl-carbinol was obtained through condensation of acetone and acetylene with an admixture of caustic potassium into diethyl ether or through admixture of sodium amide into liquid ammonia. Above all, the latter method, which was described by various American authors, proved very useful. For technical purposes, two methods were used. Solvents were used which, together with the condensing agents, form complex compounds with caustic potassium. Such solvents were among others a mixture of xylol and butyl alcohol, besides various acetals, such as acetaldehyde butylacetal. The semi-technical experiments made with these solvents yielded satisfactory amounts of dimethyl ethinyl-carbinol. In order to convert the carbinol into an unsaturated hydrocarbon compound, it was dehydrogenized into isopropenyl acetylene.



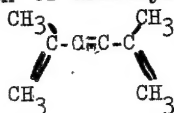
25X1

SECRET

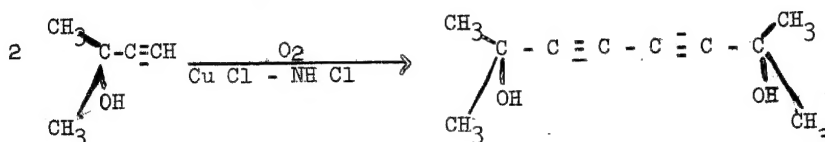
SECRET

-5-

However, this substance proved to be unsuited as a priming agent for rocket fuels. Furthermore, tetramethyl butindiol $((CH_3)_2C(OH)-C \equiv C-C(OH)(CH_3)_2)$, a by-product of the synthetic production of dimethyl ethynyl-carbinol was converted into diisopropenyl acetylene $CH_3-C \equiv C-C(CH_3)=CH_2$ by subtracting two molecules



of water. This substance flashes when brought into contact with concentrated nitric acid; however, it is **not** very active. A much more effective compound was obtained through oxidation of the dimethyl ethynyl-carbinol into 2,7-dimethyl-octadiin-3,5-diol-2,7 $((CH_3)_2C(OH)C \equiv C-C \equiv C-C(OH)(CH_3)_2)$ and its dehydrogenation into 2,7-dimethyl-octadiin-1,7-diin-3,5, a process which had been unknown so far. This compound, which has the formula $CH_2=C(CH_3)-C \equiv C-C \equiv C-(CH_3)=CH_2$, has four conjugate multiple bonds including two triple bonds, and is very active. For this reason, the Soviets were greatly interested in finding a method for the industrial production of this agent. It is well known that acetylene-alcohols which have a labile hydrogen atom, such as dimethyl ethynyl-carbinol, may be oxidized, by treatment with oxygen in the presence of copper chloride or ammonium chloride, into diacetylene glycol. The reaction develops according to the following equation:



However, carried out on a commercial scale, it is uneconomical, because large quantities of copper chloride are required as a catalyst, which in the course of the process oxidizes into useless bivalent copper compounds. In the course of half a year, a workable procedure was developed. It was found out that the oxidation of acetylene-alcohols into the desired diacetylene glycols could be effected by the utilization of basic salts of the bivalent copper. These salts, which are used as catalysts, may be obtained in the usual method by adding alkalis to the solution of neutral cupric salts; by mixing cupric salts with copper oxide; or through oxidation of cuprous chloride with oxygen, air, or other oxygen-bearers in the presence of water. The catalyst is applied in a solution which contains halogen ions, as, for instance, in an aqueous solution of sodium chloride or ammonium chloride. Acetylene alcohols with a hydrogen atom capable of reaction and suitable for the process are dimethyl ethynyl-carbinol and other ethynyl carbinols. The operation may be executed by adding sodium chloride and the acetylene alcohol to be oxidized into an aqueous suspension of basic copper sulfate or copper chloride. The mixture must be stirred vigorously and heated to a temperature of 70 to 80°C under simultaneous adding of oxygen or air. The diacetylene glycol forms well-shaped crystals which are filtrated off and washed with 0.5 percent hydrochloric acid or are re-crystallized with benzol. The separated aqueous reaction solution may be used for further such operations by adding to it a new amount of acetylene alcohol, oxygen, etc. This method makes it possible to produce diacetylene glycols in adequate quantities, with a minimum consumption of chemicals, in very short reaction times. Various diacetylene glycols which could be converted into the corresponding divinyl-diacetylenes by dehydrogenation were produced. Of these unsaturated hydrocarbons, the octadiin-1,7-diin-3,5 proved to be active in the presence of concentrated nitric acid.

13. Another mission of the German chemists attached to the Institute was the production of bifunctional compounds from furfural. The Soviets have ample supplies of this substance, which is found in fusel oil, in wood vinegar, and which is also obtained in sizeable quantities by the distillation of various kinds of sugar and starch. Furfuryl alcohol obtained from furfural through reduction has been known for some time as a rocket fuel. The Soviets pursued the aim to utilize for peaceful purposes chemical substances which are of importance in warfare so that installations required in the event of war could be put to a useful purpose in

25X1

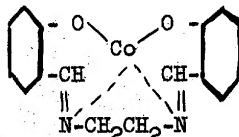
SECRET

SECRET

-6-

time of peace. For this reason, they tried to find a commercial use for furfural. In this connection they copied an American procedure of obtaining furan through catalytic decarbonylization of furfural. This procedure consists in conducting a mixture of furfural and water vapor over zinc-iron chromite catalysts or the other catalysts containing chromites at temperatures of about 400° C. The furan obtained according to the equation: $\text{C}_5\text{H}_4\text{O} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{C}_4\text{H}_8\text{O} + \text{CO}_2 + \text{H}_2$, was then hydrogenated into tetrahydro furan, split by means of hydrochloric acid into 1.4 dichlor butan, and converted into adipic acid $(\text{COOH}(\text{CH}_2)_4\text{COOH})$, adipic acid nitril $(\text{COOH}(\text{CH}_2)_4\text{CN})$, and hexamethylene diamine. Since the Soviets wanted to investigate all the subsequent stages of these processes, large quantities of furan were required. This furan was produced in the laboratory. At the same time, a semi-technical plant for the decarbonylization of furfural was developed. The lifetime of the chromite catalysts could be considerably extended. The hydrogenation of furan into tetrahydro furan and the splitting of the latter into 1.4-di-chlorobutane was performed in a liquid phase under pressure and a gaseous phase by conducting the substance involved over various catalysts. The pertinent work was not concluded when the German chemists were returned home.

14. The production of oxygen-binding chelates was to follow the process developed by M.C. Calvin and H.C. Diehl at the University of California from 1941 to 1944. These substances are in a position to absorb oxygen from air at low temperatures and release it when heated. This method offers the possibility of obtaining oxygen from air by means of installations which require comparatively little space. This is of the greatest importance for submarines, for instance. The basic substance required for this process is the so-called salicylaldehyde ethylene diamine cobalt, which has the formula:



and can be obtained from salicylaldehyde, ethylene diamine, and cobalt acetate. This compound is at first obtained in an inactive form, but it is activated by recrystallization from specific solvents such as chloroform and pyridine, and subsequent disintegration of the resulting solutions. At first the previously known methods were used, but later a new method was developed which made it possible to obtain the desired substance in an active form without further processing. This became possible by producing the so-called Schiff's base from salicylaldehyde and ethylene diamine and then precipitating it after dissolving it in aqueous potash with cobalt acetate, under simultaneous admixture of sulphuric acid at a specific pH-value. This pH value is of importance for the success of the new method. A brownish-red sediment is obtained, which, after being heated to 100°C, becomes active; i.e., when exposed to air, it absorbs, with increasing speed, about half an oxygen molecule per chelate molecule. By varying the aldehyde component, i.e., by replacing salicylaldehyde by variously substituted salicylaldehydes such as nitro-salicylaldehydes or halogen-salicylaldehydes, similar chelates were obtained. However, these substances did not prove satisfactory.

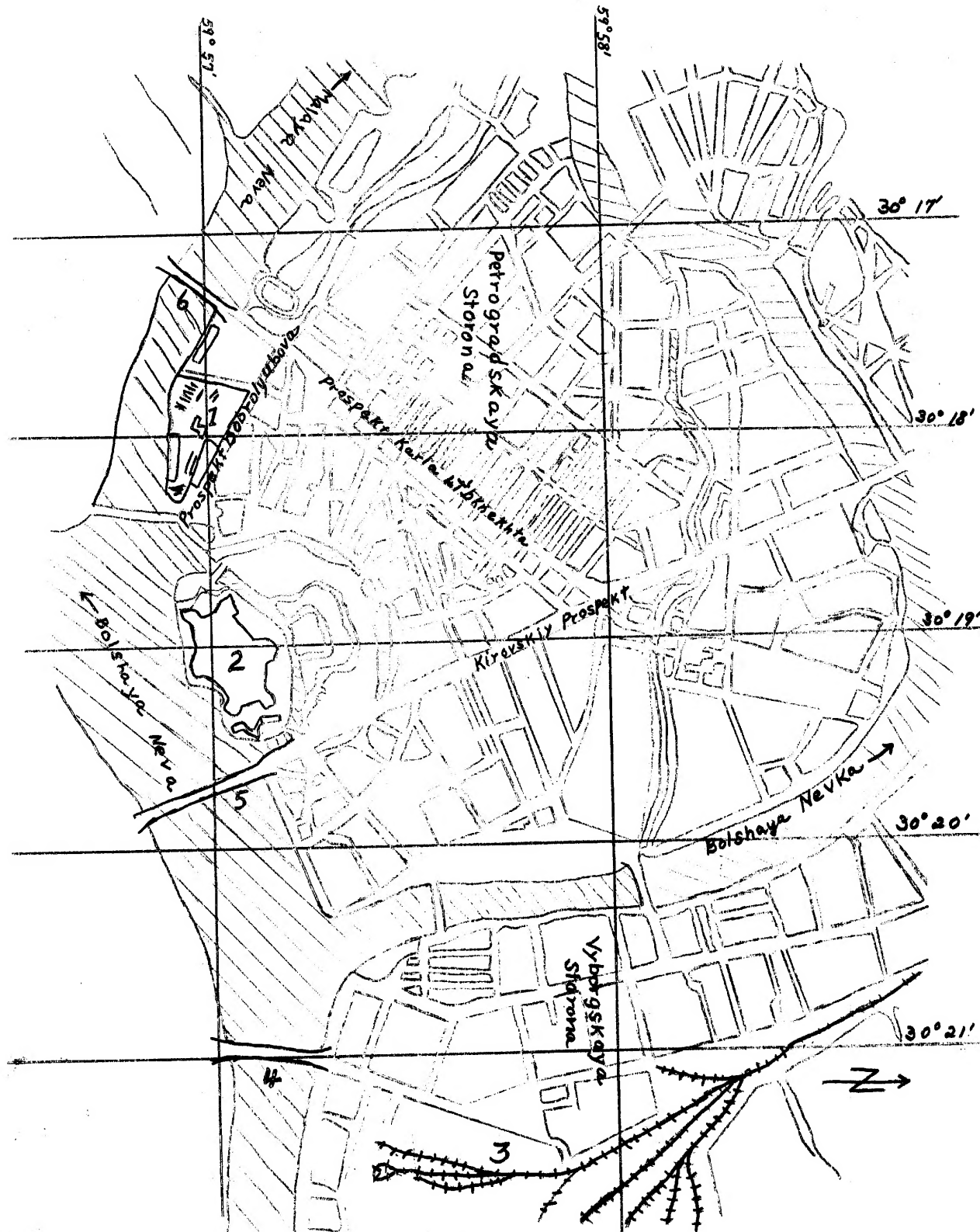
25X1

SECRET

SECRET

- 7 -

Location Sketch of the State Institute of Applied Chemistry



25X1

SECRET

SECRET

- 8 -

Legend to Location Sketch of the State Institute of Applied Chemistry

1. State Institute of Applied Chemistry.
2. Peter and Paul Fort.
3. Finnish Railroad Station.
4. Liteyny Bridge.
5. Kirovskiy Bridge.
6. Tuchov Bridge.

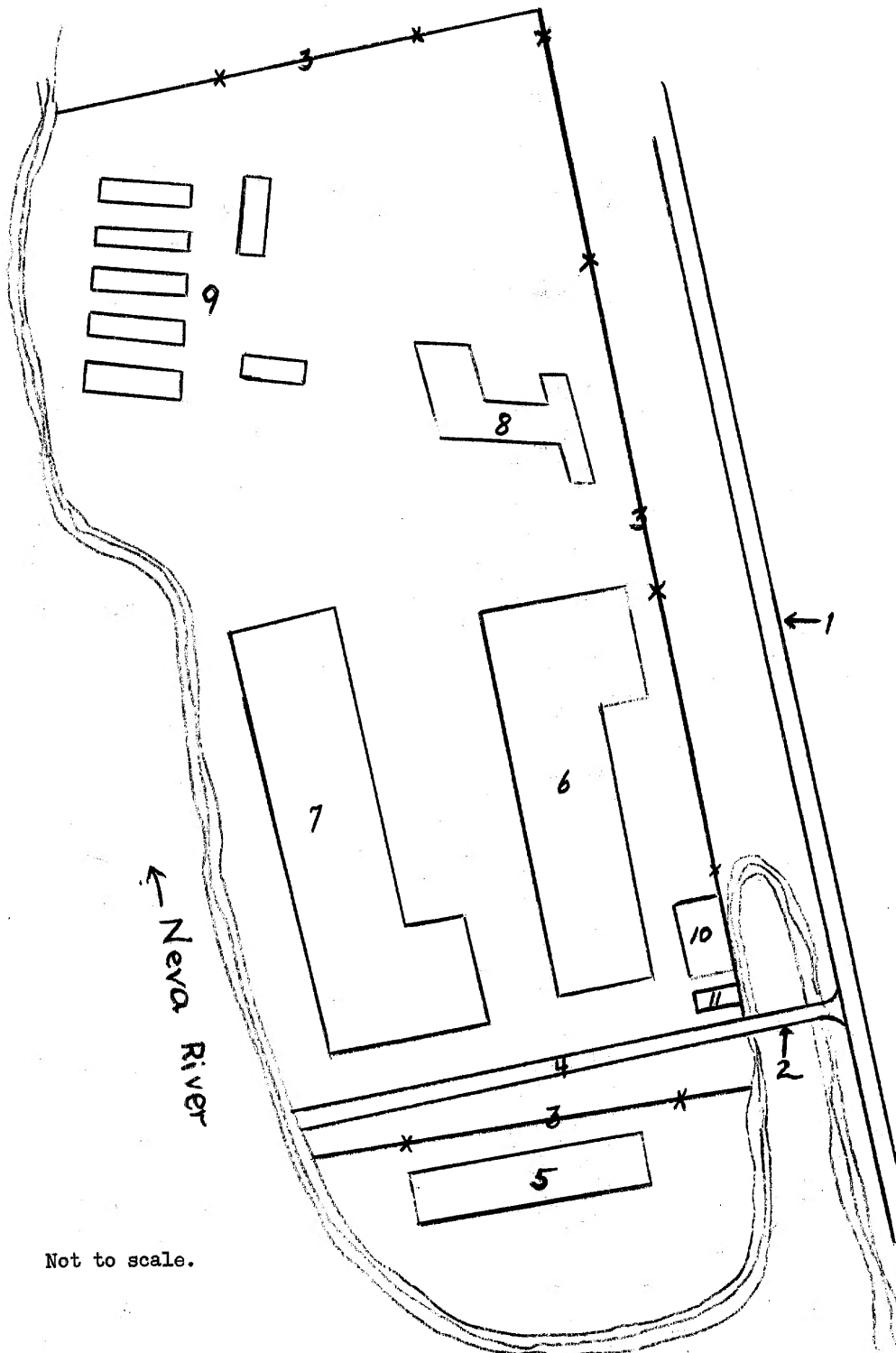
25X1

SECRET

SECRET

- 9 -

Layout Sketch of the State Institute of Applied Chemistry



Not to scale.

25X1

SECRET

SECRET

- 10 -

Legend to Layout Sketch of the State Institute of Applied Chemistry

1. Prospekt Dobrol'yubova.
2. Bridge over an arm of the Neva River, which is being filled up.
3. Brick wall and wooden fence with watchtowers.
4. Road.
5. Utility building and outpatients' station, not belonging to the Institute.
6. Two-story workshop with three stories in its western section, with design offices.
7. Two-story administrative building with laboratories.
8. Boiler house.
9. Several smaller buildings with auxiliary technical facilities.
10. Temporary building housing personnel office.
11. Guardhouse.

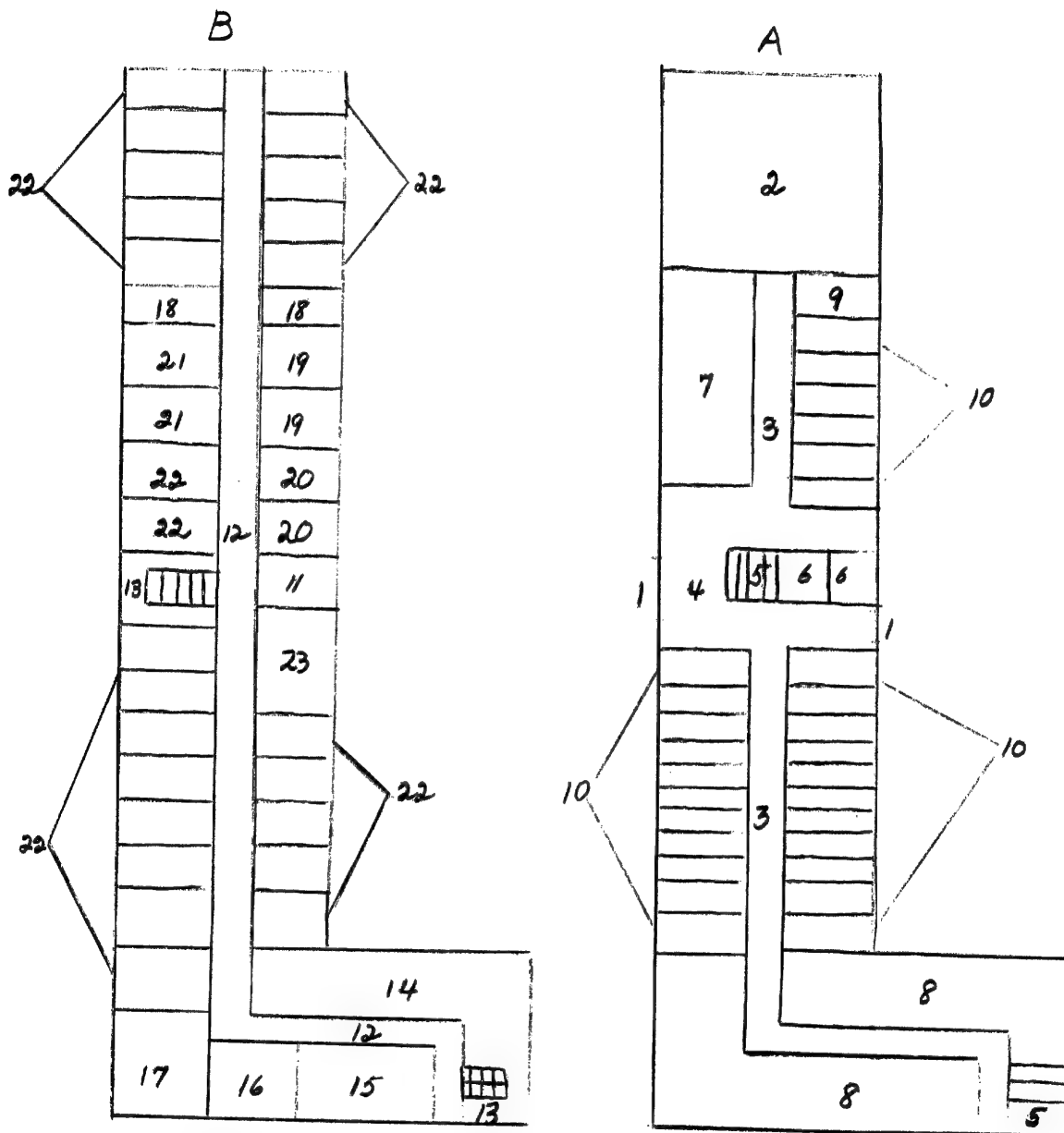
25X1

SECRET

SECRET

- 11 -

Layout Sketch of the Laboratory Building



Not to scale.

25X1

SECRET

SECRET

- 12 -

Legend to Layout Sketch of the Laboratory Building

A. Ground Floor.

1. Entrance.
2. Workshops.
3. Corridor .
4. Antechamber.
5. Staircases.
6. Toilets.
7. Library.
8. Offices.
9. Glass blowers' workshop.
10. Laboratories.

B. Second Floor.

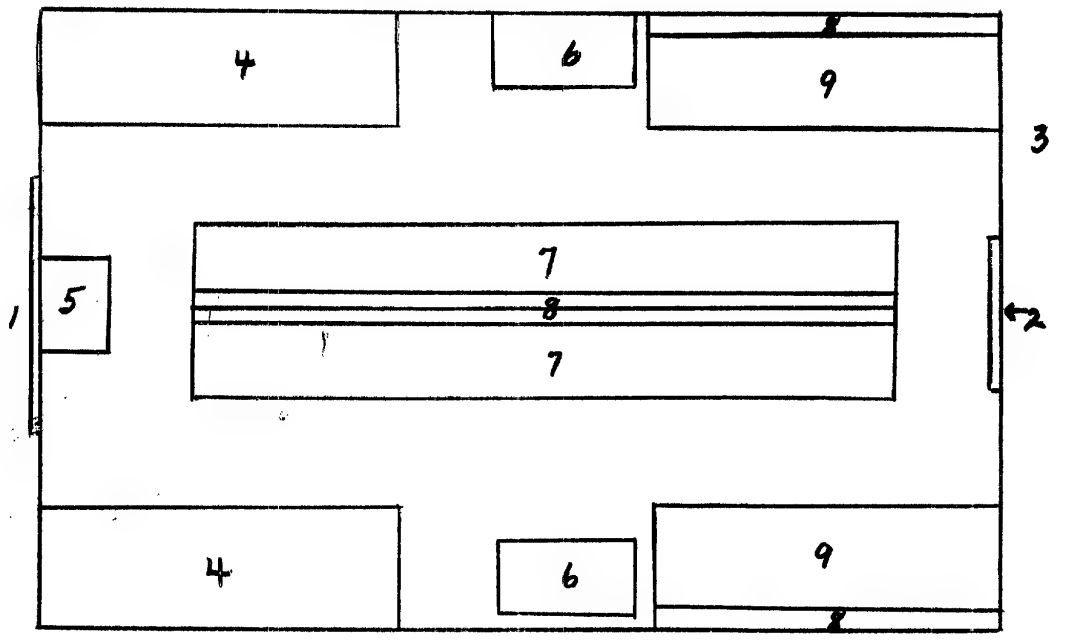
11. Antechamber.
12. Corridor.
13. Staircases.
14. Administrative section.
15. Archive, containing secret documents.
16. Office of the scientific director.
17. Office of the director general.
18. Toilets.
19. Autoclaves and glass grinding.
20. Dining rooms.
21. Analytical laboratory.
22. Laboratories.
23. Community hall.

25X1

SECRET

- 13 -

Layout Sketch of Typical Laboratory Room



Not to scale.

Legend

1. Window.
2. Door.
3. Corridor.
4. Fume cupboards.
5. Analytic balance.
6. Writing desk.
7. Laboratory desk.
8. Stands for test tubes.
9. Laboratory desks.

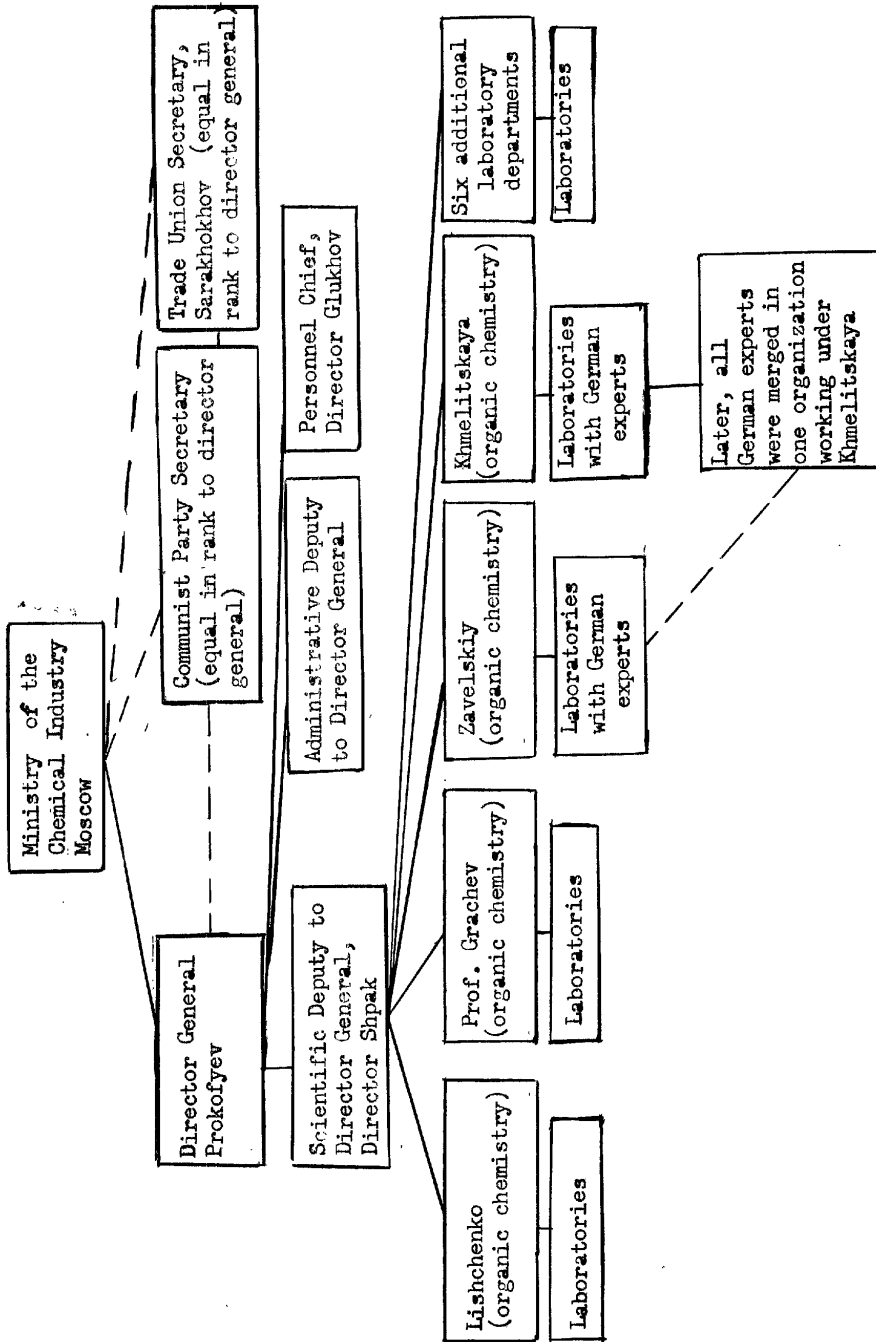
25X1

SECRET

SECRET

-14-

Organizational Chart of the State Institute of Applied Chemistry



25X1

SECRET

Approved For Release 2004/07/29 : CIA-RDP80-00810A003600260002-2

25X1

Approved For Release 2004/07/29 : CIA-RDP80-00810A003600260002-2

BEST COPY
Available

25X1

SECRET

UdSSR

25X1

Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der Raketen-Treib-
stoffe im Staatlichen Institut fuer Angewandte Chemie
in Leningrad.

F - 3

XXXXXXXXXXXX Leningrad

Fruehjahr 1947 -
Mai 1951

28.1.1953

Fruehjahr 1947 -
Mai 1951
11.2.1953

6 Anlagen

25X1

1. Das Staatliche Institut fuer Angewandte Chemie (GIPCh -
Gossudarstwennyj Institut Prikladnoj Chimijs) in Leningrad
liegt am Nordufer des Flussarms Malaja Newa (=kleine Newa),
im Schnittpunkt der Koordinaten $59^{\circ}57'N/30^{\circ}18'E$, auf der
frueheren Watnyj Insel, im Stadtteil Petrogradskaja Storona.
Die Verbindungsstrassen zum Institut sind die Prospekte
Karla Liebkechts und Dobroljubowa, auf denen Strassenbahnen
verkehren. Der Newa-Arm, der frueher die Watnyj-Insel nach
N begrenzte ist jetzt zum groessten Teil zugeschnitten.¹

- 2 -

25X1

24271

- 2 -

2. Zum Komplex des Instituts, in dem zur Zarenzeit die staatliche Woense, und nach 1920 verschiedene Forschungsstaetten untergebracht waren, gehoeren 5 groessere und 10 kleinere Gebaeude. Schon waehrend des zweiten Weltkriegs wurden hier chemische Forschungsarbeiten durchgefuehrt. Das wichtigste der vorhandenen Gebaeude ist das Laboratoriumsgebaeude. In den uebrigen Mausern sind Werkstaetten, Konstruktionsbueros, das Personalbuero, eine Reihe halbtuehnischer Anlagen, sowie eine Heizanlage untergebracht. Das Gelaende ist groesstenteils von einer Mauer, teilweise von einem Holzzaun umgeben, an denen Wachtuerme aufgestellt sind. Die Bewachung erfolgte bis 1949 durch Institutspersonal, wurde dann verschaeft und von MWD-Personal in Zivil uebernommen. Diese Verschaeftung der Ueberwachung war durch die Aufnahme der Entwicklung von Raketentreibstoffen begruendet. In anderen chemischen Forschungsinstituten in Leningrad ist sie weniger streng.²

3. Der Laboratoriumsbau enthaelt, neben einigen Buero-, Werkstatt- und Nebenraeumen eine grosse Anzahl von Laboratorien. Diese sind im allgemeinen gut, doch veraltet eingerichtet. Die Arbeitstische sind nur mit Holz belegt. Sauerstoff-, Stickstoff und Wasserstoffleitungen sind nicht vorhanden. Diese Gase werden in reichlicher Menge in Stahlflaschen angeliefert. Die sonstigen Einrichtungen genuegen zu stoerungsfreier Arbeit. Lediglich bei Bestellungen treten laengere Zeitverluste ein. Die Versorgung mit Glas ist reichlich.

- 3 -

- 3 -

während Eisen- und Stahlapparaturen schwierig zu beschaffen sind. Im allgemeinen besteht der Eindruck, dass das Institut gegenüber anderen Forschungsstellen bevorzugt mit Arbeitsmaterial beliefert wird. Die Bibliothek ist sehr gut, auch mit neuzeitlicher Literatur ausgestattet. Die Laboratoriums-Einrichtungen wurden im Laufe der Jahre 1947 bis 1951 durch Lieferungen von deutschem Demontagegut ergänzt und modernisiert. Die Türen zu den einzelnen Laboratorien sind stets verschlossen; Zutritt haben nur die jeweils im Raum beschaeftigten Personen.³

4. Das Institut untersteht unmittelbar dem Ministerium fuer Chemische Industrie in Moskau. Die Leitung liegt in Haenden des Generaldirektors Prokofjew (fnu), eines Chemikers, der im Institut jedoch nur organisatorisch taetig ist. Ihm gleichgestellt ist der Sekretaeer des Parteikomitees, der seine Weisungen ebenfalls direkt vom Ministerium fuer Chemische Industrie in Moskau erhaelt. Auch der von der Belegschaft gewaelhte Gewerkschaftssekretaeer, bis Mai 1951 Sarachochow (fnu), ein Kaukasier, ist dem Generaldirektor gleichgestellt. Dem Generaldirektor unterstellt sind drei Direktoren: einer fuer wissenschaftliche Fragen - Schpak (fnu), ein qualifizierter Fachmann, war frueher Dozent an einem technologischen Institut; einer fuer wirtschaftliche Fragen - Name unbekannt, der u.a. auch Gehalts-, Lohn- und Transportangelegenheiten zu regeln hat; und einer fuer Personalangelegenheiten - Gluchow (fnu), der frueher angeblich Oberst beim MWD war und der fuer

- 4 -

- 5 -

Einstellungen und Entlassungen sowie die Ueberpruefung des Personals verantwortlich ist. Dem Direktor Schpak unterstanden von 1947 bis Mai 1951 rund 10 Laboratoriums-Abteilungen, die von Abteilungsleitern gefuehrt werden. Bekannt sind von ihnen: Fischenko (fnu), ein aelterer, intelligenter Chemiker fuer organische Chemie; Professor Gratschew (fnu), Organiker, hatte den Professortitel erst kuerslich erhalten; Sawieljskij (fnu), ein sehr intelligenter Chemiker, ebenfalls Organiker, der nach Kriegsende als sowjet-russischer Offizier in den Leuna-Werken war, wo er massgeblich an der Deportation deutscher Fachkraefte mitwirkte. Frau Irina Leonidowna Gmelinskaja, Organikerin, mit sehr guten theoretischen Kenntnissen, jedoch geringen praktischen Erfahrungen. Jede Laboratoriums-Abteilung verfuegt ueber 4 bis 5 Einsellaboratorien und einige halbtechnische Anlagen in Nebengebaeuden. Insgesamt arbeiten in einer Abteilung, einschliesslich des technischen Hilfspersonals, etwa 50 bis 60 Personen. Die Abteilungsleiter sind meistens Kandidaten der Wissenschaft, was etwa dem deutschen Doktor entspricht^(sic) oder Doktor der Wissenschaft - etwa Dr. habil. (Dozent). Der groesste Teil der Chemiker, der ihnen unterstand, hatte nur ein Abschlussexamen, das dem deutschen Staatsexamen als Diplomchemiker oder Diplomingenieur entspricht. Insgesamt sind im Institut rund 1000 Personen beschaeftigt, davon 500 wissenschaftliche Mitarbeiter und Hilfskraefte, d.h. Chemiker und Laboranten. Der Rest sind Angehoerige des Konstruktionsbueros, Handwerker,

- 5 -

Bueropersonal und Arbeiter, die in Nebengebäuden arbeiten.⁴
 Im Oktober 1946 wurden sechs deutsche Chemiker, ein Diplom-Ingenieur und ein Werkmeister aus den Leuna-Verken von den Sowjet-Russen zur Arbeitsleistung zwangsverpflichtet und nach Ssestroresk (60°05'N/30°00'O) im Gebiet Leningrad verbracht. Dort waren sie zunächst einer Marine-Mannsstelle unter Admiral Suchanow (fnu) unterstellt und mussten Berichte ueber ihre Arbeiten in den Leuna-Verken waehrend der Kriegsjahre verfassen. Diese Taetigkeit erfolgte in den Wohnungen der Deutschen, wobei ihre Frauen die Schreibmaschinen-Arbeiten ausfuehrten. Im Fruehjahr 1947 wurden die acht deutschen Fachleute dem Staatlichen Institut fuer Angewandte Chemie in Leningrad zur Dienstleistung ueberwiesen, wobei sie ihren Wohnsitz in Ssestroresk beibehielten. Die Arbeit war derart organisiert, dass je ein deutscher Fachmann in einem Laboratorium arbeitete, wo er als Leiter und Berater der sowjet-russischen Chemiker und Laboranten taetig war. Die Deutschen hatten ein gemeinsames Schreibzimmer, in dem sie sich besprechen konnten und in dem auch eine Schreibkraft ihre Arbeitsberichte fertigstellte. Auch die Bibliothek stand ihnen gemeinsam zur Verfuegung. Zum Ende der bis zum Mai 1951 waehrenden Dienstverpflichtung in Leningrad konnten die Fachleute auch andere wissenschaftliche Bibliotheken, unter sowjet-russischer Begleitung, besuchen. Die sowjet-russischen Chemiker, die gute theoretische, doch mangelhafte praktische Kenntnisse besaessen, waren ohne Fuehrung groessten-

teils zu keiner sachgemässen Forschungsarbeit fähig, weshalb sie sich nach kurzer Zeit gerne der Leitung der Deutschen unterordneten. Die Themenstellung seitens der Institutsleitung erfolgte stets am Ende eines Jahres fuer die Arbeiten des kommenden. Die meisten Themen behandelten offensichtlich Probleme, die bereits frueher im Institut bearbeitet worden waren. In Einzelfaellen erfolgten direkte Auftraege vom Ministerium fuer Chemische Industrie in Moskau, die dann meist in keinem direkten Zusammenhang mit den bisherigen Arbeiten des Institutes standen. Alle Themen behandelten in irgendeiner Form die Entwicklung von Raketen-Treibstoffen. Erst im zweiten Halbjahr 1950 wurden Aufgaben gestellt, die auf die Herstellung von Zwischenprodukten fuer Kunststoffe hinausliefen. Auffallend war, dass alle deutschen Fachleute, zwar grosse praktische Erfahrungen in der organischen Chemie besaessen, auf dem Gebiet der Raketen-Treibstoffe jedoch nie taetig gewesen waren und sich erst in das ihnen voellig fremde Aufgabengebiet einarbeiten mussten. Bei der Loesung der gestellten Aufgaben handelte es sich niemals um eine theoretische Grundlagen-Forschung, sondern immer um die zweckgebundene Auffindung und Herstellung von Komponenten fuer Raketen-Treibstoffe. Da die Arbeitsbasis sehr breit angesetzt war, d.h. von jeder ueberhaupt nur in Betracht kommenden Stoffart alle Moeglichkeiten untersucht wurden, ergab sich oeffters eine rein wissenschaftliche Arbeit. So wurden z.B. Untersuchungen auch dann noch fortgefuehrt, wenn bereits feststand,

- 7 -

dass der einzelne Stoff wegen der Unmoeglichkeit der Rohstoffbeschaffung oder aus anderen Gruenden nicht in Betracht kam. Die im Laboratorium entwickelten und als geeignet erkannten chemischen Verbindungen wurden spaeter in halbertechnischen Massstab weiterbearbeitet, sodass der praktische Gang der Forschung zu verfolgen war. Besonders deutlich zeigte sich dies in einem Fall der Herstellung niederer aliphatischer Amine, fuer die eine Grossanlage entwickelt wurde. Diese Grossanlage ist dann spaeter in Dsershinsk bei Gorkij gebaut worden. Die deutschen Fachleute trugen fuer den praktischen Verlauf der Forschungs- und Entwicklungsarbeiten keine Verantwortung. Sie gaben die Anweisungen zu den Versuchsreihen, ueberwachten ihre Durchfuehrung und fassten nach Beendigung gewisser Arbeitsabschnitte die entsprechenden Berichte ab.

25X1A

1. Comment. Die Lage des Institutes ist aus dem Stadtplan-Ausschnitt von Leningrad, siehe Anlage 1, zu ersehen.

25X1A

2. Comment. Die Gebaendeanordnung des Institutes auf der fruheren Matnyj-Insel geht aus der Skizze Anlage 2 hervor, die nach Angaben der Quelle gezeichnet wurde.

25X1A

3. Comment. Den Lageplan des Laboratoriumsgebauedes und die Einrichtung eines Laboratoriums zeigen die Skizzen, Anlagen 3 bzw 4, die nach Angaben der Quelle angefertigt sind.

25X1A

4. Comment. Die Besetzung der leitenden Stellen zeigt

- 8 -

Approved For Release 2004/07/29 : CIA-RDP80-00810A003600260002-2

Anlage 5.

25X1 Comment. Die Arbeiten der deutschen Fachleute im
Institut sind in Anlage 6 beschrieben.

Approved For Release 2004/07/29 : CIA-RDP80-00810A003600260002-2

25X1

Forschungsarbeiten deutscher Fachleute im Staatlichen Institut
fuer Angewandte Chemie in Leningrad vom Fruerjahr 1947 bis Mai 1951

1. Der in dem Laboratorium fuer Materialpruefung und Korrosionsfragen des Institutes eingesetzte deutsche Chemiker fand von Seiten der Sowjet-Russen fuer seine Taetigkeit wenig Interesse, obgleich er vorher einer der fuehrenden Fachleute der ehemaligen I.G.-Farben-industrie in Werkstofffragen zur Durchfuehrung chemischer Reaktionen gewesen war. Er erhielt lediglich zwei sowjet-russische Chemikerinnen zur Mitarbeit, mit denen er, ohne Kontakt zur Institutsleitung, arbeitete. U.a. bearbeitete er Korrosionsfragen in Verbindung mit der Verwendung von hochkonzentriertem Wasserstoff-superoxyd (hydrogen peroxide H_2O_2) und hochkonzentrierte Salpetersaeure (nitric acid HNO_3) fuer Raketentreibstoffe.
2. Zwei andere deutsche Chemiker arbeiteten vorzugsweise ueber die Herstellung und Bestimmung der Eigenschaften niedermolekularer aliphatischer Amine (low molecular aliphatic amines), wobei sie sich in die Arbeiten im Laboratorium und in die halbertechnischen Versuche teilten. Beide wurden von den Sowjet-Russen vom Anfang der Taetigkeit an sehr intensiv eingesetzt. Dem Laboratorium allein standen 10 sowjet-russische Chemiker und Laboranten zur Verfuegung. Diese deutschen Chemiker wurden auch oeffters in Fragen, die nicht zu ihrem Arbeitsgebiet gehoerten, konsultiert.
3. Ein dritter deutscher Chemiker hatte, mit Hilfe von zwei sowjetischen Chemikern und zwei Laborantinnen, verschiedenste Laboratoriums-auftraege auszufuehren: u.a. Herstellung aliphatischer

Vinyläther (aliphatic vinyl ethers), wie z.B. Vinyläther aus Aminoalkoholen (vinylethers of aminoalcohols); katalytische Hydrierung (catalytic hydrogenisation) von Nitroparaffinen (nitro paraffins) zu Aminen; Weiterverarbeitung von Aminen mittleren Molekulargewichts und Herstellung von Furan (furan C_4H_4O) aus Furfural (furfural $C_4H_3O_2$) durch katalytische Decarbonisation.

4. Eine in Leuna demontierte Anlage zur Nitrierung aliphatischer Kohlenwasserstoffe (nitration of aliphatic hydrocarbons) mittels Stickstoffdioxid (nitrogen dioxide NO_2) wurde aufgebaut und in Betrieb genommen. Die gestellte Aufgabe bestand in halotechnischen Versuchen, wobei die optimalen Bedingungen fuer die Nitrierung, insbesondere niedermolekularer aliphatischer Kohlenwasserstoffe in fluessiger Phase (low molecular aliphatic hydrocarbons in fluid phase) ermittelt werden sollten. Parallel mit diesen Arbeiten wurden Laboratoriumsversuche auf dem gleichen Gebiet von zwei sowjet-russischen Chemikern und zwei Laborantinnen durchgefuehrt. Auch bei anderweitig durchgefuehrten Versuchen zur Nitrierung in der Gasphase wurde mitgewirkt.
5. Ein deutscher Diplom-Ingenieur war zunaechst im Konstruktionsbereich taetig und beteiligte sich dort u.a. an der Entwicklung einer grosstechnischen Anlage zur Herstellung aliphatischer Amine, wie Aethylamin, Methylamin, Trimethylamin (ethylamine C_2H_7ON , methylamine CH_5N , trimethylamine C_3H_9N). Ferner unterstützte er alle deutschen Chemiker im Institut bei der Loesung technischer Fragen. Ein Werameister aus Leuna arbeitete in der Abteilung fuer Messtechnik und fuehrte dort moderne Methoden zur

Messung von Temperaturen, Drucken, Strömungsgeschwindigkeiten usw. durch. Da die Sowjet-Russen auf diesem Gebiet sehr rückständig sind, überliess man ihm praktisch die Leitung der Abteilung.

6. Ein weiteres von einem deutschen Chemiker bearbeitetes Thema betraf die Untersuchungen ueber Moeglichkeiten zur Anwendung von Nitroalkoholen und ihren Derivaten als Komponenten fuer Raketen-Treibstoffe. Es wurden halbertechnische Versuche zur Nitrierung von niedermolekularen aliphatischen Kohlenwasserstoffen durchgefuehrt. Offenbar bemuehte man sich, die dabei anfallenden niedermolekularen Nitroparaffine (low molecular nitro paraffine), insbesondere Nitromethan, Nitroform und Tetranitromethan (nitromethane CH_3NO_2 , nitroform $\text{CH}(\text{NO}_2)_3$, tetranitromethane $\text{C}(\text{NO}_2)_4$) als Komponenten fuer Raketen-Treibstoffe oder andere Zuendgemische heranzuziehen. Es wurde die Aufgabe gestellt, durch Abwandlung dieser Nitroparaffine in Richtung von Nitroalkoholen und ihren Derivaten, eine Reihe von Substanzen herzustellen, die an anderer Stelle ausgeprueft werden sollten. Die Arbeiten begannen mit der Herstellung verschiedener Nitroalkohole aus Nitromethan und 2-Nitrobutan (nitrobutane $\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}_2$), die als Ausgangsmaterialien reichlich zur Verfuegung standen. Die Nitroalkohole wurden durch Kondensation der Nitroparaffine mit Formaldehyd (formaldehyde HCHO) und anderen Aldehyden im alkalischen medium (alkalic medium) gewonnen. Keiner der so hergestellten Nitroalkohole entflammte mit hochkonzentrierter Salpetersaeure allein, was als Kriterium fuer die Brauchbarkeit als Initiator

fuer Raketen-Treibstoffe gilt. Die Nitroalkohole wurden dann durch Bearbeitung mit Essigsaeureanhydrid (acet acid anhydride $(CH_3.CO_2O)$) in ihre Acetate ueberfuehrt; diese waren aber ebenfalls unbrauchbar. Auch die aus den Acetaten durch thermische Behandlung gewonnenen Nitroolefine erwiesen sich als ungeeignet.

7. Zu Untersuchungen ueber die Brauchbarkeit von Aminoalkoholen und ihren Derivaten wurden, von Nitroalkoholen ausgehend, durch Reduktion verschiedene Aminoalkohole hergestellt. Daneben synthetisierte man letztere auch durch umsatz von Aethylenoxyd (ethylen oxide $CH_2O.CH_2O$) mit Ammoniak (ammonia NH_3) und mit verschiedenen niedermolekularen aliphatischen Aminen.

Die aus Aethylenoxyd und Ammoniak erhaltenen Aminoalkohole Diaethanolamin (diethanolamine $(C_2H_5)_2NH$) und Triethanolamin (triethanolamine $(C_2H_5)_3N$) entflammten mit hochkonzentrierter Salpetersaeure. Die Zeitspanne zwischen der Mischung der Substanz mit der Salpetersaeure und der Entzuendung - die sogenannte Induktionsperiode - war jedoch zu gross und die Stoffe erschienen als ungeeignet. Wesentlich bessere Ergebnisse wurden jedoch erzielt; als man aus Methylamin (methylamine CH_3NH_2) und Dimethylamin (dimethylamine $(CH_3)_2NH$) einerseits und Aethylenoxyd (ethylene oxide $(CH_2)_2O$) andererseits hergestellte Aminoalkohole N-Methylaethanolamin (N-methylethanol amine $(CH_3C_2H_5NH)$) und N-Dimethylaethanolamin $(CH_3)_2C_2H_5N$ (N-dimethanol amine) auspruefte. Die entzueenden sich bei Zugabe von hochkonzentrierter Salpetersaeure verhaeltnismoesig schnell. Die synthetisierten Stoffe wurden von den Sowjet-Russen nicht nur in reiner Form,

sondern auch im Gemisch mit anderen Stoffen, wie z.B. Anilin (aniline $C_6H_5NH_2$) geprüft. Schliesslich wurden immer Gemische der gefundenen selbstzündenden Stoffe, der Initiatoren, mit Kohlenwasserstofffraktionen, wie Kerosene (kerosene), die sich von selbst nicht entzünden, bereitet, da die letzteren ja die eigentlichen Raketen-Treibstoffe bilden. Durch die Dehydratisierung (dehydrogenisation) von Diaethanolamin erhaltenes Morpholin (morpholine $O(CH_2)_4NH$) sowie das durch Dehydratisierung von Triäthanolamin hergestellte Oxyäthylmorpholin (oxyethyl morpholine $C_6H_{13}O_2N$) entflammen mit konzentrierter Salpetersäure. Da die Dehydratisierung des Diaethanolamins zu Morpholin mit Schwefelsäure, wie bekannt ist, nur schlechte Ausbeuten ergibt, wurde ein katalytisches Verfahren unter Verwendung von Tonerdekontakten (aluminiumoxide catalysts Al_2O_3) versucht. Dabei zeigte sich, dass beim Überleiten von Diaethanolamin über Tonerde, in der Gasphase gleich die Morpholinbildung eintritt, eine Reaktion, die von den Sowjet-Russen in der Folgezeit weiter bearbeitet wurde und gute Resultate gab. Weiter wurden als Derivate der Aminoalkohole Vinyläther (vinylethers) hergestellt und zur Ausprüfung gegeben. Ihre Herstellung erfolgte durch Umsetzung der Aminoalkohole mit Acetylen (acetylene $CH:CH$) unter Druck, wobei, nach Faworski (fnu) und Schostakowski (fnu) zur Vermeidung von Explosionen, in einem indifferenten Lösungsmittel in Gegenwart von Alkali als Kondensationsmittel gearbeitet wurde. Die so erhaltenen Vinyläther, z.B. von Mono-, Di- und Triäthanol-

- 6 -

amin sowie die Vinylaether der in Gegenwart von Stickstoff methylierten und aethylierten Methanolamine und schliesslich auch der Vinylaether des Oxyaethylmorpholine waren zum Teil gut brauchbar, d.h. sie entsendeten sich mit hochkonzentrierter Salpetersaure in Zeiten von 1/100 Sek. und weniger. Die Herstellung von Vinylaethern aus Aminoalkoholen wurde dann auch in halbertechnischem Massstabe fortgesetzt, mit dem Ziel, die industriemaessigen Bedingungen fuer eine Erzeugung zu ermitteln.

8. Bei den Untersuchungen ueber die Brauchbarkeit von ungesaettigten Kohlenwasserstoffen (unsaturated hydrocarbons) als Komponenten fuer Raketen-Treibstoffe, wurde von sowjet-russischer Seite vorgeschlagen, Acetylenwasserstoffe, die ausser der dreifachen Bindung noch eine Doppelbindung oder mehrere Dreifach- oder Doppelbindungen gleichzeitig enthalten, auf ihre Eignung zu pruefen. Dazu ging man von dem aus Aceton (acetone $\text{CH}_3\text{CO}\cdot\text{CH}_3$) und Acetylen leicht herstellbaren Dimethylaethinyl-carbinol (dimethylethinyl-carbinole $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$) aus. Die erste Teilaufgabe bestand darin, ein industriell brauchbares Verfahren zur Herstellung dieser Verbindung auszuarbeiten. Im Laboratorium wurde Dimethylaethinyl-carbinol durch Kondensation von Aceton und Acetylen unter Einfluss von Aetzkali (caustic potassium KOH) in Diethylaether (diethylether $\text{C}_2\text{H}_5\cdot\text{O}\cdot\text{C}_2\text{H}_5$) oder unter Einfluss von Natriumamid (sodium amide NaNH_2) in fluessigem Ammoniak (fluid ammonia NH_3) gewonnen. Besonders die letztere Methode, von verschiedenen amerikanischen Autoren beschrieben, leistete gute Dienste. Fuer technische Zwecke wurden zwei Verfahren angewandt. Dabei werden

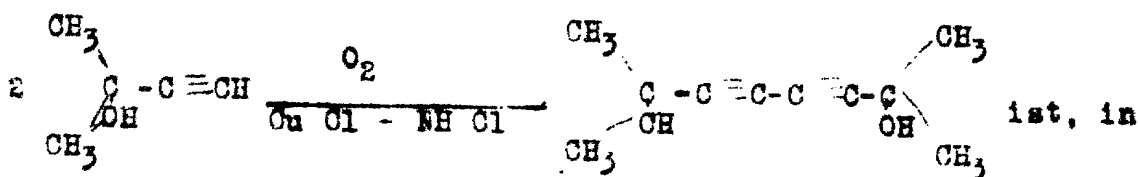
- 6 -

- 4 -

Lösungsmittel benutzt, die mit dem Kondensationsmittel Aetskali, Komplexverbindungen bilden. Als solche Lösungsmittel dienten u.a. ein Gemisch aus Xylol (xylol C_8H_{10}) und Butylalkohol (butyl alcohol $C_4H_{10}O$) sowie verschiedene Acetale (acetals), s.B. Acetaldehyd-butylacetal (acetaldehyde butylacetal $C_6H_{12}O_2$). Mit diesen Lösungsmittel-Gemischen wurden halbertechnischen Versuche mit guten Ausbeuten an Dimethylnäthynyl-carbinol erzielt. Zur Ueberführung des Carbinols in einen ungesättigten Kohlenwasserstoff diente seine Dehydratisierung zu Isopropenyl-acetylen (isopropenyl acetylene) der Formel: $\begin{matrix} CH_3 \\ | \\ C-C \equiv CH \\ | \\ CH_3 \end{matrix}$, das sich jedoch als Initiator fuer Raketen-Treibstoffe ungeeignet erwies. Weiter wurde das, bei der Synthese des Dimethylnäthynyl-carbinols entstehende Nebenprodukt, Tetramethyl-butindiol (tetramethyl butindiol $(CH_3)_2C(OH)-C \equiv C-C(OH)(CH_3)_2$) durch Abspaltung von zwei Molekeln Wasser in Diisopropenyl-acetylen (diisopropenyl acetylene) der Formel: $\begin{matrix} CH_3 & & CH_3 \\ | & & | \\ C-C \equiv C-C \\ | & & | \\ CH_3 & & CH_3 \end{matrix}$ ueberfuehrt. Diisopropenyl-acetylen entflammt mit konzentrierter Salpetersäure, ist jedoch nicht besonders aktiv. Eine weit wirkungsvollere Verbindung ergibt die Oxydation des Dimethylnäthynyl-carbinols zu 2.7-Dimethyl-octadiin-3.5-diol-2.7 (engl. ebenso) $((CH_3)_2C(OH)-C \equiv C-C \equiv C-C(OH)(CH_3)_2)$ und seine, bisher unbekannte Dehydratisierung zu 2.7-Dimethyl-octadien-1.7-diin-3.5 (engl. ebenso). Diese Verbindung der Formel $CH_2=C(CH_3)-C \equiv C-C \equiv C-C(CH_3)=CH_2$ besitzt 4 konjugierte Mehrfachbindungen, darunter zwei 3-fach-Bindungen und erweist sich als ausserordentlich aktiv. Aus diesem Grund sollte die Herstellung mit besonderer Aufmerksamkeit betrieben werden

- 7 -

und an der Ausarbeitung eines technischen Verfahrens war man sowjet-russischerseits lebhaft interessiert. Es ist bekannt, dass Acetylenalkohole, die ein bewegliches Wasserstoffatom haben, so auch das Dimethylaethinyl-carbinol, durch Behandlung mit Sauerstoff, in Gegenwart von Kupfer- oder Ammoniumchlorid (copper chloride CuCl_2 , ammonium chloride NH_4Cl) zu dem entsprechenden Diacetylen glykol (diacetylene glycol) oxydiert werden koennen. Dieses Verfahren, nach der Gleichung:



technischem Massstab durchgefuehrt, unwirtschaftlich, da groessere Mengen Kupferchlorid als Katalysator (catalyst) erforderlich sind, die im Verlaufe der Oxydation zu 2-wertigen (2-valentio) Kupferverbindungen oxydiert und unbrauchbar werden. In Versuchen, die sich ueber ein halbes Jahr erstreckten, wurde ein gut funktionierendes Verfahren ausgearbeitet. Dabei wurde festgestellt, dass sich die Oxydation der Acetylenalkohole zu den entsprechenden Diacetylen glykolen auch unter Verwendung von basischen Salzen (basic salts) des 2-wertigen Kupfers durchfuehren laesst. Diese, als Katalysator verwandten Salze koennen nach der ueblichen Methode, z.B. durch Zugabe von Alkalien (alkalies) zu der Loesung von neutralen Kupfer-(II)-Salzen, durch Vermischen von Kupfer-(II)-Salzen mit frischgefehltem Kupferoxyd (copper oxide CuO) oder Oxydation von Kupfer-(I)-chlorid (copper chloride CuCl) mit Sauerstoff, Luft, oder anderen Sauerstofftraegern in Gegenwart

von Wasser erhalten werden. Der Katalysator wird in einer Lösung die Halogenionen (halogen ions) enthaelt, also z.B. in waessriger Natrium- oder Ammoniumchlorid-Loesung (solution of sodium chloride NaCl , ammonium chloride NH_4Cl) angewandt. Acetylenalkohole mit reaktionsfaehigem Wasserstoff-Atom, die fuer das Verfahren in Betracht kommen, sind Dimethylaethinyl-carbinol u.a. Aethinyl-carbinole. Das Verfahren kann beispielsweise in der Weise durchgefuehrt werden, dass zu einer waessrigen Suspension (Aufschwemmung) von basischem Kupfersulfat (basic copper sulfate CuSO_4) oder Kupferchlorid, Natriumchlorid und der zu oxydierende Acetylenalkohol gegeben wird, woraufhin unter kraeftigem Ruehren und Erwaermen auf 70 bis 80°C, Sauerstoff oder Luft eingeleitet wird. Nach voruebergehender Entfaerbung des zunaechst grueneblauen Reaktionsgemisches, bedingt durch den uebergang des Kupfers in die einwertige Form, beginnt die Ausscheidung des Diacetylenglykols. Die oxydation wird zweckmassig abgebrochen wenn das Reaktionsgemisch, infolge der Rueckverwandlung der intermediuer aufgetretenen einwertigen Kupferverbindungen in basisches Kupfersalz, wieder die urspruengliche Farbe angenommen hat und ein Niederschlag von basischem Kupfer-(II)-Salz auszufallen beginnt. Das erhaltene Diacetylenglykol bildet gut ausgebildete Kristalle, die abfiltriert und mit 0,5 %iger Salzsaeure gewaschen oder aus Benzol umkristallisiert werden. Die abgetrennte waessrige Reaktionsloesung wird fuer weitere gleichartige Operationen wiederverwandt, indem man ihm eine neue Portion des Acetylenalkohols zusetzt, Sauerstoff einleitet usw. Das Verfahren gestattet Diacetylenglykole mit einem minimalen Verbrauch an Chemikalien in meist

- 10 -

vorzueglicher Ausbeute herzustellen, wobei die benoetigten Reaktionszeiten in vielen Faellen weit unter den ueblichen liegen. Es wurden verschiedene Diacetylglykole hergestellt, die sich ihrerseits in die entsprechenden Divinyl-diacetylene (engl. ebenso) durch Dehydratisierung umwandeln liessen. Von diesen ungesaettigten Kohlenwasserstoffen erwies sich noch das Octadien-1.7-dien-3,5 (engl. ebenso $C_8H_{10}O_2$) als aktiv gegenueber konzentrierter Salpetersaure.

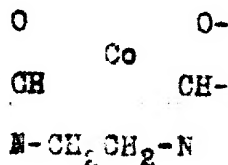
9. Eine weitere Aufgabe deutscher Chemiker im Institut bestand in der Herstellung von bifunktionellen Verbindungen aus Furfurol (furfural $C_4H_3O.CHO$). Die Sowjet-Russen verfuegen in ihrem Agrarland reichlich ueber Furfurol, das sich im Fuseloeel, im Holzsawig findet und bei der Destillation verschiedener Zucker- und Staerkearten in groesseren Mengen bildet. Aus Furfurol durch Reduktion gebildeter Furfurylalkohol (furfuryl alcohol $O.(CH_2)_3.C.CHO$) ist als Raketen-treibstoff schon laenger bekannt. In der Zeit vom Sommer 1950 bis Mai 1951 wurde von den Sowjet-Russen das Ziel verfolgt, chemische Stoffe, die fuer die Ruostung geeignet sind, oder aber ihre Ausgangsmaterialien, gleichzeitig auch fuer friedliche Zwecke einzusetzen, um so die fuer den Kriegsfall zu bauenden Anlagen auch im Frieden ausnutzen zu koennen. In diesem Sinne war man bemüht, Furfurol auch zivilen Verwendungszwecken zuzufuehren. Dazu sollte ein amerikanisches Verfahren nachgearbeitet und verbessert werden, nach dem durch katalytische Decarbonylierung (decarbonylisation) des Furfurals Aceton gewonnen wird. Die Methode besteht im Ueberleiten eines Gemisches aus Furfurol und Wasserdampf ueber Zink/Eisencroxit-Katalysatoren (zinc/iron

- 10 -

chromite $Zn/Fe (CrO_2)_2$) oder andere chromithaltige Kontakte (catalysts) bei Temperaturen von etwa 400° . Das hierbei, nach der Gleichung $CHO + H_2O \xrightarrow{O} \text{---} + CO_2 + H_2$ gebildete Furan sollte dann zu Tetrahydrofuran (tetrahydro furan C_4H_8O) hydriert, dieses mit Salzsäure zu 1.4-Dichlorbutan (dichlor butan $C_4H_8Cl_2$) aufgespalten und in Adipinsäure (adipic acid $COOH.(CH_2)_4.COOH$), Adipinsäurenitril (adipic acid nitril $COOH.(CH_2)_4.CN$) und Hexamethyldiamin (hexamethylene diamine $NC(CH_2)_4NH$) überführt werden. Da man gleichzeitig auch die nachfolgenden Stufen untersuchen wollte, waren grosse Mengen an Furan erforderlich, das man durch eine grosse Anzahl von Laboratoriums-Apparaturen herstellte. Gleichzeitig wurde eine halbtechnische Anlage zur Decarbonylierung des Furfurols entwickelt. Durch eine Abänderung der Herstellungsweise der Chromitkontakte, konnte ihre Lebensdauer wesentlich erhöht werden, da sie in allgemainer durch Ablagerung von Harzen und Kohlenstoff schnell unwirksam wurde. Die Hydrierung des Furans zu Tetrahydrofuran und die Aufspaltung des letzteren zu 1.4-Dichlorbutan wurden nach zwei Verfahren vorgenommen: in flüssiger Phase unter Druck und in der Gasphase durch Überleiten über verschiedene Kontakte. Zu einem Abschluss dieser Arbeiten kam es, infolge der Abreise der deutschen Chemiker nach Deutschland, nicht mehr.

10. Die Darstellung von sauerstoffbindenden Chelat-Verbindungen (chelates) sollte dem, in den Jahren 1941-44 von E.C. Calvin und E.C. Biehl bei der California Universität ausgearbeiteten Verfahren nachgearbeitet werden. Es handelt sich dabei um Stoffe, die

in der Lage sind, bei tiefer Temperatur aus der Luft Sauerstoff aufzunehmen und ihn beim Erhitzen wieder abzugeben. Diese Verbindungen bieten die Möglichkeit Sauerstoff aus der Luft zu gewinnen, und zwar mit Hilfe von Anlagen die geringen Platz beanspruchen, wobei gegebenenfalls Transport- und Aufbewahrungs-Geräte vermieden werden. Dies hat besonders für militärische Zwecke, wie U-Boote usw., grosse Vorteile. Grundstoff dieser Reihe ist das sogenannte Salicylaldehyd-äthylen-diamin-cobalt (salicylaldehyde ethylene diamine cobalt) von der Formel:



das aus Salicylaldehyd $\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{CHO}\cdot\text{OH}$, Äthyldiamin $((\text{CH}_2)_2\cdot(\text{NH}_2)_2)$ und Cobaltacetat (cobalt acetate $(\text{CH}_3\cdot\text{COO})_2\text{Co}$) zu gewonnen ist. Diese Verbindung fällt zunächst in einer inaktiven Form an, die durch Umkristallisierung aus bestimmten Lösungsmitteln, wie Chloroform (chloroform CHCl_3) und Pyridin (pyridin $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$) und nachträgliche Zersetzung der hierbei entstehenden Lösungen aktiviert wird. Zunächst wurden die in der Literatur besprochenen Methoden reproduziert und dann gelang es eine neue Methode auszuarbeiten, bei der der Stoff direkt in aktiver Form gewonnen wird. Diese neue Methode besteht darin, aus Salicylaldehyd und Äthyldiamin zunächst die entsprechende sogenannte Schiff'sche Base herzustellen und diese dann nach Auflösen in wässriger Salzlauge mit Cobaltacetat unter gleichzeitiger Zugabe von Schwefelsäure bei einem bestimmten pH -Wert zu fällen.

- 13 -

Dieser p_H - Wert ist wesentlich fuer das Gelingen der neuen Methode. Man erhaelt einen braun-roten Niederschlag, der nach kurzem Erhitzen auf 100° aktiv ist, d.h. beim Liegen an der Luft mit zunehmender Geschwindigkeit etwa $1/2$ Mol Sauerstoff pro Mol Chelat bindet. Durch Variation der Aldehydkomponente, d.h. Ersatz des Salicylaldehyds durch verschieden substituierte Salicylaldehyde (Nitrosalicylaldehyde, Halogensalicylaldehyde) wurden aehnliche Chelate aufgebaut, die jedoch in ihrem Sauerstoff-Adsorptionsvermoegen keine befriedigenden Resultate ergaben.

25X1